

03.12.03

10/537896

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

REC'D 30 DEC 2003

WIPO PCT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2002年12月 5日

出願番号
Application Number: 特願2002-353506
[ST. 10/C]: [JP2002-353506]

出願人
Applicant(s): 昭和電工株式会社

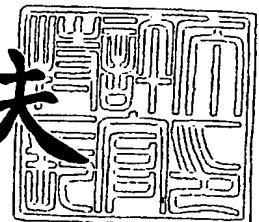
BEST AVAILABLE COPY

PRIORITY
DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 9月30日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2003-3080142

【書類名】 特許願
【整理番号】 11H140377
【提出日】 平成14年12月 5日
【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿
【国際特許分類】 C01F 7/02
C08K 3/22

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市神奈川区恵比須町 8 番地 昭和電工株式会社 横浜事業所内

【氏名】 尾西 晃

【特許出願人】

【識別番号】 000002004

【氏名又は名称】 昭和電工株式会社

【代理人】

【識別番号】 100082669

【弁理士】

【氏名又は名称】 福田 賢三

【選任した代理人】

【識別番号】 100095337

【弁理士】

【氏名又は名称】 福田 伸一

【選任した代理人】

【識別番号】 100061642

【弁理士】

【氏名又は名称】 福田 武通

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 086277

【納付金額】 21,000円

には、粒子径をなるべく細かくすることが望まれる。粒子径の細かい水酸化アルミニウムを析出によって得ることも可能であるが、水酸化アルミニウムは、一次粒子が多数凝集した二次凝集粒の形態を有するため、吸油量が非常に大きく、フィルターとして多量に充填することは困難である。

このため、一般的に50～150 μ m程度の水酸化アルミニウムをボールミル、その他の粉碎機で、一次粒子程度に粉碎したものが用いられる。

【0005】

しかし、水酸化アルミニウムを粉碎によって所定の粒径まで粉碎するには多大なエネルギーを要する。また、粉碎された水酸化アルミニウムは、その一次粒子が破壊され、表面の荒れ、粒子のチッピング等が発生し、粉体のBET比表面積が大きくなる。結果として樹脂との相溶性が悪くなり、粘度が上昇するので、高充填しにくくなる。また、特に熱硬化性樹脂の場合、硬化時間が長くなる。

【0006】

さらに、粉碎のみで均一な粒子径のものを得ることは難しく、比較的粗大な凝集粒子（未粉碎粒子）が残存することとなる。この未粉碎粒子は樹脂充填時に破壊起点となり、衝撃強度を低下させることがわかっている。未粉碎粒子を除去するために、粉碎の後、風力分級、あるいは篩分けなどで分離する手法が用いられる。しかし、これらの分離操作には多大な設備投資が必要であり、経済的ではない。

【0007】

そこで、均一且つ所定の粒径の水酸化アルミニウムを得るため、各種の方法が提案されている（例えば特許文献1～3など）。

【0008】

【特許文献1】

特公平5-4336号公報

【特許文献2】

特公昭62-9256号公報

【特許文献3】

特開平9-208740号公報

【0009】

前記特許文献1では、連続式遠心分離機により、大きな遠心力をかけ一次粒子を破壊することなく二次凝集粒を解砕することで、粒子の荒れを抑制することを提唱している。これは水酸化アルミニウムスラリーに遠心力を加えることにより二次凝集粒が互いに強く接触しながら移動し、互いのこすれあいによって、二次凝集粒の解砕効果が発生する。

しかし、この方法では、遠心力をかける対象として用いる水酸化アルミニウムの一次粒子径を1～4 μm に限定し、4 μm より大きいと遠心力による解砕効果は二次凝集粒を解砕するのに十分ではないことが報告されており、広範囲に適用できる方法ではなかった。

【0010】

前記特許文献2では、温度上昇させたバイヤー抽出液を固体水酸化アルミニウムと接触させることで、単結晶あるいは丸みのある形状を有する水酸化アルミニウムを得ることを提唱している。

しかし、この方法には、長い接触時間が必要なこと、及び接触時水酸化アルミニウムの溶解が進行するため生産効率が悪くなるという欠点があった。

【0011】

前記特許文献3では、予め乾式衝撃粉碎機にて水酸化アルミニウムの二次凝集粒子を粉碎した後、特定のアルカリ濃度のアルミン酸ナトリウム溶液中にスラリー化し温度上昇することで、表面を溶解しBET比表面積を低減する方法を提唱している。

しかし、この方法では、予め乾式粉碎するために、一旦水酸化アルミニウムを濾過・乾燥する必要があるため、工程が長く、製造コストも高くなるという問題があった。

【0012】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、凝集粒子の含有量がきわめて少なく、単粒子状に解砕されており、樹脂充填時、衝撃強度に優れた樹脂組成物を効率良く得ることができる水酸化アルミニウムの製造方法を提供することにある。

【0013】

【課題を解決するための手段】

かかる事情下に鑑み、本発明者らは、上記目的を達成すべく鋭意研究を重ねた結果、特定のアルミン酸ナトリウム溶液中に水酸化アルミニウムを懸濁させたスラリーを、特定の条件で昇温する工程と、その後、スラリーに遠心力をかけ固形分を濃縮するとともに二次凝集粒を解砕する工程とを組み合わせることにより、フィルター用に好適な低比表面積で単粒状の理想的な水酸化アルミニウムを得られることを見出し本発明を完成するに至った。即ち、本発明は以下の手段を提供する。

【0014】

[1] バイヤー法により得られた水酸化アルミニウムをアルミン酸ナトリウム溶液中に懸濁させたスラリーを、60℃以下から90℃以上に昇温する工程と、その後、該スラリーに遠心力を加える工程とを含み、昇温前のアルミン酸ナトリウム溶液中のアルミナ濃度A（単位g／リットル）と水酸化ナトリウム濃度C（単位g／リットル）の比率A／Cが0.40以下であることを特徴とする水酸化アルミニウムの製造方法。

[2] スラリーを60℃以下から90℃以上に昇温する時間が15分以内であることを特徴とする前項1に記載の水酸化アルミニウムの製造方法。

[3] スラリー昇温による水酸化アルミニウムの溶解率が、一般式

【数2】

$$\text{溶解率 (\%)} = \text{昇温前C} \times (\text{昇温後A/C} - \text{昇温前A/C}) \times 1.53 / \text{昇温前スラリー濃度} \times 100$$

（式中、Aはアルミン酸ナトリウム溶液中のアルミナ濃度（単位g／リットル）、
Cは水酸化ナトリウム濃度（単位g／リットル）を表す。）

において、30%未満であることを特徴とする前項1又は2に記載の水酸化アルミニウムの製造方法。

[4] 遠心力が、300G以上であることを特徴とする前項1乃至3のいずれか1項に記載の水酸化アルミニウムの製造方法。

[5] 遠心力を加える装置が、連続式遠心分離機であることを特徴とする前項1

乃至4のいずれか1項に記載の水酸化アルミニウムの製造方法。

[6] 昇温工程で使用する昇温装置が、二重管式熱交換器であることを特徴とする前項1乃至5のいずれか1項に記載の水酸化アルミニウムの製造方法。

【0015】

[7] 平均粒子径 D が $1 \sim 10 \mu\text{m}$ 、BET比表面積 S が $1.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下、 S から球近似で算出した粒子径 D_{bet} （ここで、 D_{bet} は $D_{\text{bet}} = 6 / (S \times \rho)$ で算出される。 ρ は水酸化アルミニウムの比重である。）と D の比（凝集度） D/D_{bet} が3未満、 $20 \mu\text{m}$ 以上の粒子の含有量が0.1重量%以下であることを特徴とする水酸化アルミニウム。

【0016】

[8] 前項7に記載の水酸化アルミニウムをフィラーとして含んだ水酸化アルミニウム含有組成物。

[9] 水酸化アルミニウム含有組成物のマトリックス材料が、ゴムまたはプラスチックである前項8に記載の水酸化アルミニウム含有組成物。

【0017】

【発明の実施の形態】

以下、本発明をさらに詳細に説明する。

本発明は、前記[1]に示すように、バイヤー法により得られた水酸化アルミニウムをアルミン酸ナトリウム溶液中に懸濁させたスラリーを、 60°C 以下から 90°C 以上に昇温する昇温工程と、該スラリーに遠心力を加える遠心力作用工程とを含み、昇温前のアルミン酸ナトリウム溶液中のアルミナ濃度 A （単位 $\text{g}/\text{リットル}$ ）と水酸化ナトリウム濃度 C （単位 $\text{g}/\text{リットル}$ ）の比率 A/C が0.4以下であることを特徴とする水酸化アルミニウムの製造方法を提供する。

【0018】

本発明の昇温工程においては、バイヤー法により得られた水酸化アルミニウムをアルミン酸ナトリウム溶液中に懸濁させたスラリー中の水酸化アルミニウムに熱衝撃を与え、結晶学的に結合力の弱い二次凝集粒の粒界のみを選択的に溶解し、二次凝集粒子を解砕する。また、遠心力作用工程においては、該スラリーに遠心力（好ましくは 300 G 以上）を加えて固形分を濃縮するとともに粒子同士の

こすれあいによって、二次凝集粒を解砕する。即ち本発明の水酸化アルミニウムの製造方法は、このような昇温工程と遠心力作用工程とを組み合わせることを特徴とする方法である。

【0019】

本方法の昇温工程において、昇温前のスラリーの温度は60℃以下、好ましくは55℃以下である。60℃より高いと昇温時、粒界のみを選択的に溶解するのに十分な熱衝撃が与えられず好ましくない。

また、昇温後のスラリー温度は90℃以上、好ましくは95℃以上、より好ましくは97℃以上である。90℃未満であると、粒界のみを選択的に溶解するのに十分な熱衝撃が与えられず、凝集粒子が残存してしまうこと、及び粒子表面があれしてしまうため好ましくない。

因みにアルミン酸ナトリウム溶液の沸点は、水酸化ナトリウム濃度によって変化するので限定できないが、バイヤー工程で使用するアルミン酸ナトリウム溶液の場合104℃程度である。

【0020】

本方法に用いる昇温前のアルミン酸ナトリウム溶液中のアルミナ (Al_2O_3) 濃度A (単位g/リットル) と水酸化ナトリウム (NaOH) 濃度C (単位g/リットル) との比率A/Cは前述のように0.40以下であるが、好ましくは0.35以下、より好ましくは0.30以下とすることが望ましい。A/Cが0.40より高いと、粒界をほぐすのに必要なアルミナ分が溶解せず凝集粒子が残存してしまうため好ましくない。

【0021】

また、スラリーを60℃以下から90℃以上に昇温する時間は、前記[2]に示すように、15分以内、好ましくは10分以内、より好ましくは5分以内とすることが望ましい。15分より長いと、粒界のみを選択的に溶解するのに十分な熱衝撃が与えられず、凝集粒子が残存してしまうこと、及び粒子全体の溶解が進行してしまうため好ましくない。

【0022】

本方法における昇温による水酸化アルミニウムの溶解率は、前記[3]に示す

ように、30%未満、好ましくは25%未満であることが望ましい。溶解率が30%より多いと、水酸化アルミニウムの収率が低くなるので生産効率が悪い。

ここで、昇温による水酸化アルミニウムの溶解率は一般式

【数3】

$$\text{溶解率 (\%)} = \text{昇温前 } C \times (\text{昇温後 } A / C - \text{昇温前 } A / C) \times 1.53 / \text{昇温前スラリー濃度} \times 100$$

(式中、Aはアルミン酸ナトリウム溶液中のアルミナ濃度(単位g/リットル)、
Cは水酸化ナトリウム濃度(単位g/リットル)を表す。)

で規定する。

【0023】

本方法の遠心力作用工程において、スラリーに加える遠心力は、前記[4]に示すように、300G以上、好ましくは500G以上、より好ましくは1000G以上であることが望ましい。300G未満であると二次凝集粒を解砕するのに十分な遠心力が与えられないので好ましくない。

【0024】

また、本方法の遠心力作用工程において、遠心力を加える装置は、前記[5]に示すように、連続式遠心分離機であることが望ましい。遠心分離機により濃縮された固形分を、連続的に遠心分離機外にかき出す際に固形分に加わるせん断力により、二次凝集粒を解砕する効果も併せ持つからである。

なお、連続式遠心分離機には分離板型とデカンター型があり、分離板型には、弁排出型およびノズル排出型がある。またデカンター型にはスクリュUDEカンタ型がある。本発明に用いる連続式遠心分離機としては、スクリュUDEカンタ型を用いるのが、遠心分離機で濃縮された固形分にせん断力を加えて二次凝集粒を解砕する上で好ましい。

【0025】

さらに、本方法の昇温工程において、使用する昇温装置は、前記[6]に示すように、二重管式熱交換器であることが望ましい。

【0026】

このような本方法は、バイヤー法により得られた水酸化アルミニウムをアルミ

ン酸ナトリウム溶液中に懸濁させたスラリーを原材料として用い、昇温工程と遠心力作用工程とを行うことによって、表面を荒らすことなくかつ凝集粒子の残存がきわめて少なく、単粒状の水酸化アルミニウムを得ることができる。

【0027】

このような本方法により、前記 [7] に示すように、平均粒子径 D が $1 \sim 10 \mu\text{m}$ 、窒素吸着法 (BET 法) で測定された比表面積 S が $1.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下、 S から球近似で算出した粒子径を D_{bet} としたとき、 D_{bet} と D の比、すなわち凝集度 D/D_{bet} が 3 未満、 $20 \mu\text{m}$ 以上の粒子の含有量が 0.1 重量% 以下であることを特徴とする水酸化アルミニウムを得ることができる。ここで $D_{\text{bet}} = 6 / (S \times \rho)$ であり、 ρ は水酸化アルミニウムの比重である。

【0028】

本方法では、前述のように原材料として、バイヤー法により得られた水酸化アルミニウムをアルミン酸ナトリウム溶液中に懸濁させたスラリーを用いるが、溶解後所望する粒子径を勘案して、原料スラリー中の二次凝集粒の一次粒子径を選定することで、所望の粒子径で BET 比表面積が低く、単粒状の水酸化アルミニウムを得ることができる。

【0029】

得られた水酸化アルミニウムは、前記 [8] に示すように、各種フィラー用として好適に使用できる。また、当該水酸化アルミニウム含有組成物のマトリックス材料としては、前記 [9] に示すように、ゴムまたは熱可塑性樹脂、エポキシ樹脂、熱硬化性樹脂 (不飽和ポリエステル樹脂、アクリル樹脂等) などのプラスチックを好適に使用することができる。

【0030】

また、本方法で得られた水酸化アルミニウムを樹脂等に充填する際は、単独で用いてもよいし、コンパウンド粘度を低くするため、粒子径の異なる他の数種類の水酸化アルミニウムと混合して使用してもよい。

【0031】

さらに、本方法で得られた水酸化アルミニウムを従来公知の表面処理剤で表面処理して用いてもよい。表面処理剤としては、特に限定されないが、シランカッ

プリング剤、チタネートカップリング剤等の各種カップリング剤、オレイン酸、ステアリン酸などの脂肪酸、及びそれらの脂肪酸エステル、メチルシリケート、エチルシリケート等のシリケート等が挙げられる。

【0032】

【実施例】

以下、本発明を実施例により更に詳細に説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではなく、特許請求の範囲に記載の構成を変更しない限りどのようによっても実施することができる。尚、本発明における物性は以下の方法で測定した。

【0033】

「平均粒子径D」

水酸化アルミニウムの平均粒子径Dは、レーザー散乱回折法により測定した。

「BET比表面積S」

水酸化アルミニウムの比表面積Sは、窒素吸着法（BET法）で測定した。

「凝集度D/D_{bet}」

水酸化アルミニウムの凝集度D/D_{bet}は、BET比表面積Sから球近似で算出した粒子径D_{bet}（ここで、D_{bet}は $D_{bet} = 6 / (S \times \rho)$ で算出される。 ρ は水酸化アルミニウムの比重である。）とDの比D/D_{bet}から計算して見積もった。

「20 μ m以上の粒子含有量」

試料5 gを、1 μ m以上の固形物が除去可能なフィルターを通過させた後の水道水1.5リットルに分散させ、極微粒分級機（横浜理科社製『PS-80』）にて10分間超音波分散させながら目開き20 μ mのステンレス製篩網で篩い分け、篩残渣の重量を測定した。篩い前の試料重量に対する篩残渣の重量百分率を20 μ m以上の粒子含有量として算出した。

「昇温による溶解率」

温度上昇による水酸化アルミニウムの溶解率は、以下の式で算出した。

【数4】

溶解率 (%) = 昇温前 C × (昇温後 A / C - 昇温前 A / C) × 1.53 / 昇温前スラリー濃度 × 100

(式中、Aはアルミン酸ナトリウム溶液中のアルミナ濃度 (単位 g / リットル)、
Cは水酸化ナトリウム濃度 (単位 g / リットル) を表す。)

【0034】

〔実施例1〕

バイヤー法により得られた水酸化アルミニウムをアルミン酸ナトリウム溶液中に懸濁させたスラリー (水酸化アルミニウムの平均粒子径 $57.6 \mu\text{m}$ 、水酸化ナトリウム濃度 $C 158 \text{ g / リットル}$ 、 $A / C = 0.31$ 、スラリー濃度 200 g / リットル 、スラリー温度 41°C) を、二重管式熱交換器 (内管側容積 0.019 m^3 、伝熱面積 3.2 m^2) の内管側に $3 \text{ m}^3/\text{Hr}$ (熱交換器内滞留時間 23 秒) で送液しながら、外管に蒸気投入し、 96°C まで昇温した後、一部を巴工業社製連続遠心分離機『シャープレス・スーパーデカンタ P-660』に、 $1 \text{ m}^3/\text{Hr}$ で送液し、 1000 G の遠心力を加え、固形分を濃縮した。さらに連続式遠心分離機の装置内壁に取り付けられたスクリーンにより濃縮された固形分を連続的に装置外に取り出した。

二重管式熱交換器通過後スラリーの A / C は 0.46 、スラリー昇温による水酸化アルミニウムの溶解率は 18.1% であった。またデカンタ通過後の水酸化アルミニウムを洗浄、濾別した後、乾燥した。

【0035】

得られた水酸化アルミニウムの平均粒子径 D は $8.9 \mu\text{m}$ 、BET 比表面積 S は $0.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 、凝集度 D / D_{bet} は 1.8 、また $20 \mu\text{m}$ 以上の粒子含有量は 0.03 重量% であった。

さらにこの水酸化アルミニウム粉 200 重量部を、ビニルエステル樹脂 (『リポキシ RF-300 シリーズ』昭和高分子社製) 100 重量部に添加し、硬化剤として『パーキュア WO』 (日本油脂社製) 2.0 部、『パーロイル TCP』 (日本油脂社製) 0.75 部を混合、真空脱泡しながら攪拌した後、ガラス板間に流し込み、 60°C 1 時間及び 90°C 30 分間加熱硬化し成形体を得た。この成形

体にてノッチなしの試験片を作製した。試験片のIzod衝撃強度は2.6 kJ/m²であった。

【0036】

〔実施例2〕

バイヤー法により得られた水酸化アルミニウムをアルミン酸ナトリウム溶液中に懸濁させたスラリー（水酸化アルミニウムの平均粒子径55.3 μm、水酸化ナトリウム濃度C156 g/リットル、A/C=0.38、スラリー濃度180 g/リットル、スラリー温度43℃）を、実施例1と同様の二重管式熱交換器の内管側に3 m³/Hr（熱交換器内滞留時間23秒）で送液しながら、外管に蒸気投入し、96℃まで昇温した後、一部を実施例1と同様の連続遠心分離機に、1 m³/Hrで送液し、1000 Gの遠心力を加え、固形分を濃縮した。さらに実施例1と同様の方法で固形分を装置外に取り出した。

二重管式熱交換器通過後スラリーのA/Cは0.45、スラリー昇温による水酸化アルミニウムの溶解率は9.3%であった。またデカンタ通過後の水酸化アルミニウムを洗浄、濾別した後、乾燥した。

【0037】

得られた水酸化アルミニウムの平均粒子径Dは7.8 μm、BET比表面積Sは0.9 m²/g、凝集度D/D_{bet}は2.8、また20 μm以上の粒子含有量は0.05重量%であった。

さらにこの水酸化アルミニウム粉を前記実施例1と同様の方法で樹脂に充填して試験片を作製した。作製した試験片のIzod衝撃強度は3.1 kJ/m²であった。

【0038】

〔実施例3〕

実施例1の二重管式熱交換器通過後スラリーの一部を実施例2と同様の連続遠心分離機に、1 m³/Hrで送液し、500 Gの遠心力を加え、固形分を濃縮した。さらに実施例1と同様の方法で固形分を装置外に取り出した。デカンタ通過後の水酸化アルミニウムを洗浄、濾別した後、乾燥した。

【0039】

得られた水酸化アルミニウムの平均粒子径Dは9.3 μm、BET比表面積S

は $0.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 、凝集度 D/D_{bet} は 1.9、また $20 \mu\text{m}$ 以上の粒子含有量は 0.04 重量%であった。

さらにこの水酸化アルミニウム粉を前記実施例 1 と同様の方法で樹脂に充填して作製した。作製した試験片の Izod 衝撃強度は、 2.7 kJ/m^2 であった。

【0040】

〔実施例 4〕

実施例 1 のスラリーを予め 47°C に加熱した以外は実施例 1 と同様の操作を行った。二重管式熱交換器通過後スラリーの A/C は 0.45、溶解率は 16.9% であった。またデカンタ通過後の水酸化アルミニウムを洗浄、濾別した後、乾燥した。

【0041】

得られた水酸化アルミニウムの平均粒子径 D は $9.5 \mu\text{m}$ 、BET 比表面積 S は $0.4 \text{ m}^2/\text{g}$ 、凝集度 D/D_{bet} は 1.5、また $20 \mu\text{m}$ 以上の粒子含有量は 0.08 重量%であった。

さらにこの水酸化アルミニウム粉を前記実施例 1 と同様の方法で樹脂に充填して作製した。作製した試験片の Izod 衝撃強度は 2.9 kJ/m^2 であった。

【0042】

〔実施例 5〕

実施例 1 の二重管式熱交換器通過後スラリーの一部を実施例 1 と同様の連続遠心分離機に、 $1 \text{ m}^3/\text{Hr}$ で送液し、 200 G の遠心力を加え、固形分を濃縮した。さらに実施例 1 と同様の方法で固形分を装置外に取り出した。デカンタ通過後の水酸化アルミニウムを洗浄、濾別した後、乾燥した。

【0043】

得られた水酸化アルミニウムの平均粒子径 D は $9.6 \mu\text{m}$ 、BET 比表面積 S は $0.3 \text{ m}^2/\text{g}$ 、凝集度 D/D_{bet} は 1.2、また $20 \mu\text{m}$ 以上の粒子含有量は 0.15 重量%であった。

さらにこの水酸化アルミニウム粉を前記実施例 1 と同様の方法で樹脂に充填して作製した。作製した試験片の Izod 衝撃強度は 2.4 kJ/m^2 であった。

【0044】

〔比較例 1〕

実施例 1 と同様の水酸化アルミニウムスラリーを実施例 1 と同様の二重管式熱交換器の内管側に $3\text{ m}^3/\text{Hr}$ (熱交換器内滞留時間 23 秒) で送液しながら、外管に蒸気投入し、 87°C まで昇温した後、一部を実施例 1 と同様の連続遠心分離機(巴工業社製連続遠心分離機)に、 $1\text{ m}^3/\text{Hr}$ で送液し、 1000 G の遠心力を加え、固形分を濃縮した。さらに実施例 1 と同様の方法で固形分を装置外に取り出した。

二重管式熱交換器通過後スラリーの A/C は 0.40、スラリー昇温による水酸化アルミニウムの溶解率は 10.9% であった。またデカンタ通過後の水酸化アルミニウムを洗浄、濾別した後、乾燥した。

【0045】

得られた水酸化アルミニウムの平均粒子径 D は $14.0\text{ }\mu\text{m}$ 、BET 比表面積 S は $0.3\text{ m}^2/\text{g}$ 、凝集度 D/D_{bet} は 1.7、また $20\text{ }\mu\text{m}$ 以上の粒子含有量は 0.73 重量% であった。

さらにこの水酸化アルミニウム粉を前記実施例 1 と同様の方法で樹脂に充填して作製した。作製した試験片の Izod 衝撃強度は 1.9 kJ/m^2 であった。

【0046】

〔比較例 2〕

バイヤー法により得られた水酸化アルミニウムスラリー (水酸化アルミニウムの平均粒子径 $56.5\text{ }\mu\text{m}$ 、水酸化ナトリウム濃度 159 g/リットル 、 $A/C = 0.45$ 、スラリー濃度 200 g/リットル 、スラリー温度 45°C) を実施例 1 と同様の二重管式熱交換器の内管側に $3\text{ m}^3/\text{Hr}$ (熱交換器内滞留時間 23 秒) で送液しながら、外管に蒸気投入し、 96°C まで昇温した後、一部を実施例 1 と同様の連続遠心分離機に、 $1\text{ m}^3/\text{Hr}$ で送液し、 1000 G の遠心力を加え、固形分を濃縮した。さらに実施例 1 と同様の方法で固形分を装置外に取り出した。

二重管式熱交換器通過後スラリーの A/C は 0.47、スラリー昇温による水酸化アルミニウムの溶解率は 2.4% であった。またデカンタ通過後の水酸化アルミニウムを洗浄、濾別した後、乾燥した。

【0047】

得られた水酸化アルミニウムの平均粒子径 D は $30.4\mu\text{m}$ 、BET比表面積 S は $0.2\text{m}^2/\text{g}$ 、凝集度 D/D_{bet} は 2.5 、また $20\mu\text{m}$ 以上の粒子含有量は 1.26 重量%であった。

さらにこの水酸化アルミニウム粉を前記実施例1と同様の方法で樹脂に充填して作製した。作製した試験片のIzod衝撃強度は $1.8\text{kJ}/\text{m}^2$ であった。

【0048】

〔比較例3〕

実施例1のスラリーを予め 65°C に加熱した以外は実施例1と同様の操作を行った。二重管式熱交換器通過後スラリーの A/C は 0.46 、溶解率は 18.1% であった。またデカンタ通過後の水酸化アルミニウムを洗浄、濾別した後、乾燥した。

【0049】

得られた水酸化アルミニウムの平均粒子径 D は $10.6\mu\text{m}$ 、BET比表面積 S は $0.5\text{m}^2/\text{g}$ 、凝集度 D/D_{bet} は 2.1 、また $20\mu\text{m}$ 以上の粒子含有量は 0.22 重量%であった。

さらにこの水酸化アルミニウム粉を前記実施例1と同様の方法で樹脂に充填して作製した。作製した試験片のIzod衝撃強度は $2.2\text{kJ}/\text{m}^2$ であった。

【0050】

以上、実施例1～5及び比較例1～3の結果の概要を表1にまとめる。

【0051】

【表1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	比較例 1	比較例 2	比較例 3
原料水酸化アルミニウム特性 平均粒子径 μm	57.6	55.3	57.6	57.6	57.6	57.6	56.5	57.6
アルミン酸ナトリウム溶液特性 NaOH濃度C A/C (A:Al ₂ O ₃ 濃度) —	158 0.31	156 0.38	158 0.31	158 0.31	158 0.31	158 0.31	159 0.45	158 0.31
スラリー特性 スラリー濃度 スラリー温度 g/L ℃	200 41	180 43	200 41	200 47	200 41	200 41	200 45	200 65
昇温条件 昇温温度 昇温時間 昇温後A/C 昇温による溶解率 ℃ — %	96 23秒 0.46 18.1	96 23秒 0.45 9.3	96 23秒 0.46 18.1	96 23秒 0.45 16.9	96 23秒 0.46 18.1	87 23秒 0.40 10.9	96 23秒 0.47 2.4	96 23秒 0.46 18.1
遠心分離条件 遠心力 G	1000	1000	500	1000	200	1000	1000	1000
濾別後水酸化アルミニウム特性 平均粒子径D BET比表面積S 凝集度D/D _{bet} 20 μm 以上の粒子含有量 μm m ² /g wt%	8.9 0.5 1.8 0.03	7.8 0.9 2.8 0.05	9.3 0.5 1.9 0.04	9.5 0.4 1.5 0.08	9.6 0.3 1.2 0.15	14.0 0.3 1.7 0.73	30.4 0.2 2.5 1.26	10.6 0.5 2.1 0.22
成形体特性 I _{2od} 衝撃強度 kJ/m ²	2.6	3.1	2.7	2.9	2.4	1.9	1.8	2.2

【0052】

【発明の効果】

以上説明したように本発明の水酸化アルミニウムの製造方法においては、スラ

りー中の水酸化アルミニウムに熱衝撃を与え、結晶学的に結合力の弱い二次凝集粒の粒界のみを選択的に溶解し、かつ遠心力を加え、二次凝集粒を互いに強く接触させることにより二次凝集粒を解砕する効果がある。

また、上述したように本発明の水酸化アルミニウムの製造方法は、従来行われてきたメディア間の衝突による物理的衝撃力を利用した粉碎法やレイモンドミル等の摩砕粉碎や、ジェットミル等の粒子間衝突を利用した粉碎法に、乾式篩や風力分級を組み組み合わせた製造方法などとは異なり、残存凝集粒子が極めて少なく、単粒状の水酸化アルミニウムを得ることができるという点で画期的な製造方法であり、その工業的価値は頗る大である。

さらに、上述の方法により得られた本発明の水酸化アルミニウムは、ゴム・プラスチックなどに充填するフィラー等として幅広く用いることができ、従来の水酸化アルミニウムフィラーのように衝撃強度を低下させたりすることがなく、衝撃強度の高い成形体を得ることができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 プラスチック、ゴム等の難燃フィラー用等として利用される水酸化アルミニウムの製造方法に関し、さらに詳細には、凝集粒子の含有量がきわめて少なく、単粒子状に解砕されており、樹脂充填時、衝撃強度に優れた樹脂組成物を得ることができる水酸化アルミニウムの製造方法、水酸化アルミニウム、及び水酸化アルミニウム含有組成物を提供する。

【解決手段】 本発明の水酸化アルミニウムの製造方法は、バイヤー法により得られた水酸化アルミニウムをアルミン酸ナトリウム溶液中に懸濁させたスラリーを、60℃以下から90℃以上に昇温する工程と、その後、該スラリーに遠心力を加える工程とを含み、昇温前のアルミン酸ナトリウム溶液中のアルミナ濃度A（単位g／リットル）と水酸化ナトリウム濃度C（単位g／リットル）の比率A／Cが、0.40以下であることを特徴とする。

【選択図】 なし

特願 2002-353506

出 願 人 履 歷 情 報

識別番号

[000002004]

1. 変更年月日
[変更理由]
住 所
氏 名

1990年 8月27日
新規登録
東京都港区芝大門1丁目13番9号
昭和電工株式会社

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☒ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images
problems checked, please do not report the
problems to the IFW Image Problem Mailbox**